



中华人民共和国国家标准

GB/T 31270.5—2014

化学农药环境安全评价试验准则 第5部分：土壤淋溶试验

Test guidelines on environmental safety assessment for
chemical pesticides—Part 5: Leaching in soil

2014-10-10 发布

2015-03-11 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

GB/T 31270《化学农药环境安全评价试验准则》分为 21 个部分：

- 第 1 部分：土壤降解试验；
- 第 2 部分：水解试验；
- 第 3 部分：光解试验；
- 第 4 部分：土壤吸附/解吸试验；
- 第 5 部分：土壤淋溶试验；
- 第 6 部分：挥发性试验；
- 第 7 部分：生物富集试验；
- 第 8 部分：水-沉积物系统降解试验；
- 第 9 部分：鸟类急性毒性试验；
- 第 10 部分：蜜蜂急性毒性试验；
- 第 11 部分：家蚕急性毒性试验；
- 第 12 部分：鱼类急性毒性试验；
- 第 13 部分：溞类急性活动抑制试验；
- 第 14 部分：藻类生长抑制试验；
- 第 15 部分：蚯蚓急性毒性试验；
- 第 16 部分：土壤微生物毒性试验；
- 第 17 部分：天敌赤眼蜂急性毒性试验；
- 第 18 部分：天敌两栖类急性毒性试验；
- 第 19 部分：非靶标植物影响试验；
- 第 20 部分：家畜短期饲喂毒性试验；
- 第 21 部分：大型甲壳类生物毒性试验。

本部分是 GB/T 31270 的第 5 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本部分由中华人民共和国农业部提出并归口。

本部分负责起草单位：农业部农药检定所、环保部南京环境科学研究所。

本部分主要起草人：吴文铸、郗凤华、单正军、孔德洋、丁琦、魏方林、郑永权。

化学农药环境安全评价试验准则

第5部分:土壤淋溶试验

1 范围

GB/T 31270 的本部分规定了农药土壤淋溶试验的材料、条件、操作、质量控制、数据处理、试验报告等的基本要求。

本部分适用于为化学农药登记管理所需进行的土壤淋溶试验,其他类型的农药可参照使用。

2 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

2.1

农药淋溶作用 pesticide leaching

农药在土壤中随水垂直向下移动的现象,是评价农药对地下水污染影响的一个重要指标。常用 R_t 或 R_i 表示。

[NY/T 1667.5—2008,定义 3.3.3]

2.2

供试物 test substance

试验中需要测试的物质。

2.3

化学农药 chemical pesticide

利用化学物质人工合成的农药。其中有些以天然产品中的活性物质为母体,进行仿制、结构改造,创新而成,为仿生合成农药。

同义词:有机合成农药 synthetic organic pesticide。

[NY/T 1667.1—2008,定义 2.3.1]

2.4

原药 technical material

在制造过程中得到的有效成分及杂质组成的最终产品,不能含有可见的外来物质和任何添加物,必要时可加入少量的稳定剂。

[NY/T 1667.2—2008,定义 2.5.1]

2.5

制剂 formulation product

由农药原药(或母药)和助剂制成使用状态稳定的产品。

[NY/T 1667.2—2008,定义 2.4]

2.6

有效成分 active ingredient; a. i.

农药产品中具有生物活性的特定化学结构成分。

[NY/T 1667.2—2008,定义 3.1]

3 试验概述

农药淋溶作用试验包括土壤薄层层析法和土柱淋溶法,根据农药登记管理法规及其他规定选择相关方法进行试验。

对于挥发性供试物,土壤薄层层析法应在密闭的层析室内进行。

4 试验方法

4.1 材料与条件

4.1.1 供试物

供试物应使用农药纯品、原药或制剂。

4.1.2 供试土壤

推荐红壤土、水稻土、黑土、潮土、褐土等5类土壤为供试土壤,其中,红壤土 pH 4.5~5.5,有机质含量为 0.8%~1.5%;水稻土 pH 5.5~7.0,有机质含量为 1.5%~2.0%;黑土 pH 6.5~7.5,有机质含量为 2.0%~3.0%;潮土 pH 7.5~8.5,有机质含量为 1.0%~2.0%;褐土 pH 6.5~8.5,有机质含量为 0.8%~1.5%。在代表性地区采集上述土壤中的3种农田耕层土壤,经风干、过 2 mm 筛,室温下贮存,并测定土壤含水率、pH、有机质、阳离子代换量和机械组成。若土壤保存期超过3年时,应重新测定 pH、有机质、阳离子代换量等参数。

4.1.3 主要仪器设备

主要仪器设备如下:

- 玻璃板(长 20 cm,宽 7.0 cm);
- 层析槽;
- 玻璃柱(或塑料管,内径不小于 4 cm、长 35 cm);
- 气相色谱仪或液相色谱仪等。

4.2 试验操作

4.2.1 土壤薄层层析法

称取 10 g(准确到 0.01 g)过 0.25 mm 筛的土壤于烧杯中加水(约 7.5 mL)搅拌,直至成均匀的泥浆状,用玻璃棒将泥浆均匀涂布于层析玻璃板上,土层厚度随土质的粗细程度不同,控制在 0.5 mm~1.0 mm 之间。在温度为(23±5)℃、避光条件下,将涂布好的土壤薄板晾干后,于距薄板底部 1.5 cm 处点上药液,点药量为 1.0 μg~10.0 μg,每种处理设置两个平行。待溶剂挥发后,放在装有纯水的层析槽(液面高度 0.5 cm)中展开(18 cm),然后晾干。如果用放射性标记供试物作供试物,用自显影法求 R_f 值;如采用普通供试物时,将薄板上的土壤按等距离分成至少 6 段,分别测定各段土壤中的供试物含量及其在薄板上的分布。

4.2.2 柱淋溶法

称取 700 g~800 g(准确到 0.1 g)过 2 mm 筛的土壤,装于玻璃柱或塑料管中,制成 30 cm 高的土柱,从下至上利用 0.01 mol/L 氯化钙溶液反渗透法使土柱中水分达到饱和,赶走土柱中存在的空气。试验前,利用重力作用,滤去多余水分。在温度为(18℃~25℃,±2℃)避光条件下,将 0.10 mg~

1.0 mg供试物均匀施加于土柱上层,或者均匀拌入 10 g 土壤中,然后让土壤均匀覆盖在土柱顶部,从试验开始起,土柱顶部覆盖 0.5 cm 厚石英砂,按 200 mm/48 h 的降雨量进行模拟人工降雨(若土柱直径为 4 cm,则相当于 251 mL),12 h 加完,用 0.01 mol/L 氯化钙溶液进行淋溶,收集淋出液。淋洗完毕后,将土柱均匀切成 3 段,分别测定各段土壤及淋出液中的供试物含量。

4.3 数据处理

4.3.1 薄层层析法

根据各段土壤中的供试物含量及其在薄板上的分布,按式(1)可求得 R_f 值。计算结果保留三位有效数字。

$$R_f = \frac{L}{L_{\max}} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

L ——原点至层析斑点中心的距离,单位为毫米(mm);

L_{\max} ——原点到展开剂前沿的距离,单位为毫米(mm)。

4.3.2 土柱淋溶法

根据各段土壤及淋出液中的供试物含量,按式(2)分别求出其占添加总量的百分比。计算结果保留三位有效数字。

$$R_i = \frac{m_i}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

R_i ——各段土壤及淋出液中供试物含量的比例,%;

m_i ——各段土壤及淋出液中供试物质量,单位为毫克(mg);

注: $i=1,2,3,4$,分别表示组分 0 cm~10 cm、10 cm~20 cm、20 cm~30 cm 土壤和淋出液。

m_0 ——供试物添加总量,单位为毫克(mg)。

4.4 质量控制

质量控制条件包括:

- 土壤中农药残留量分析方法回收率为 70%~110%,最低检测浓度限应低于初始添加浓度的 1%;
- 添加回收浓度应至少为初始添加浓度及其初始添加浓度的 10%,每个浓度 5 次重复。

5 试验报告

试验报告至少应包括下列内容:

- 供试物的信息,包括供试农药的通用名、化学名称、结构式、CAS 号、纯度、基本理化性质、来源等;
- 供试土壤的类型、pH、有机质含量、阳离子代换量、机械组成等基本理化性质;
- 主要仪器设备;
- 试验条件,包括试验温度;土壤薄层制备及参数、点样量、展开时间;土柱内径与长度、加药量、加水量、淋出水量、淋溶时间等;
- 土壤和水中农药残留量分析方法,包括样品前处理、测定条件、线性范围、添加回收率、相对标准偏差、最小检测量;
- 试验结果,包括农药在不同土壤薄层中的分布曲线和 R_f 值,农药在不同土层中的分布等;
- 淋溶性能等级性划分参见附录 A。

附 录 A
(资料性附录)
土壤淋溶试验评价标准

A.1 薄层层析法

按 R_f 值的大小,将农药在土壤中的移动性能划分为五级,见表 A.1。

表 A.1 农药在土壤中的移动性等级划分

等级	R_f	移动性
I	$0.90 < R_f \leq 1.00$	极易移动
II	$0.65 < R_f \leq 0.90$	可移动
III	$0.35 < R_f \leq 0.65$	中等移动
IV	$0.10 < R_f \leq 0.35$	不易移动
V	$R_f \leq 0.10$	不移动

A.2 土柱淋溶法

按 R_i 值的大小,将农药在土壤中的移动性能分为四级,见表 A.2。

表 A.2 农药在土壤中的淋溶性等级划分

等级	$R_i / \%$	淋溶性
I	$R_4 > 50$	易淋溶
II	$R_3 + R_4 > 50$	可淋溶
III	$R_2 + R_3 + R_4 > 50$	较难淋溶
IV	$R_1 > 50$	难淋溶

参 考 文 献

- [1] NY/T 1667.1—2008 农药登记管理术语 第1部分:基本术语
 - [2] NY/T 1667.2—2008 农药登记管理术语 第2部分:产品化学
 - [3] NY/T 1667.5—2008 农药登记管理术语 第5部分:环境影响
 - [4] FAO(1989). Guidelines on environmental criteria for the registration of pesticides. Food and Agriculture Organization of the United Nations, Roma.
 - [5] US EPA(2008). Leaching Studies(OPPTS 835.1240). Fate, Transport and Transformation Test Guidelines.
 - [6] 蔡道基.农药环境毒理学研究.北京:中国环境科学出版社,1999.
-